

УДК 543.423

ОБОРУДОВАНИЕ ДЛЯ АТОМНО-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА – ОСНОВНОЕ НАПРАВЛЕНИЕ ДЕЯТЕЛЬНОСТИ ВМК-ОПТОЭЛЕКТРОНИКА

В.И. Попов
ООО «ВМК-Оптоэлектроника»,
630090, Новосибирск, а/я 376
popov@vmk.ru

Изложена ретроспектива развития ООО «ВМК-Оптоэлектроника» и этапы создания спектроаналитических приборов для атомно-эмиссионного анализа: от многоканальных детекторов до функционально завершенных атомно-эмиссионных комплексов.

Попов Владимир Иванович – генеральный директор ООО «ВМК-Оптоэлектроника».
Область научных интересов – оптоэлектроника, спектральное приборостроение.
Имеет 17 опубликованных работ

Наше предприятие получило название «ВМК-Оптоэлектроника» в процессе государственной регистрации в 1991 года. История же компании началась с 1986 года, когда группа инженеров нескольких институтов СО РАН предложила Президиуму СО РАН разработать многоканальный анализатор спектральной информации (МАСИ) на основе фотодиодной линейки и внедрить разработку в производство для решения научных задач. В 1988 году Президиумом СО РАН для решения этой задачи был создан Временный Межинститутский Коллектив - ВМК «Спектр».

Уже в 1988 году созданный коллективом анализатор МАСИ получил грамоту на выставке «Наука-88». В период 1986-1991 г.г. были созданы действующие макеты уникальных научных приборов:

- МАСИ-2 (с усилителем яркости третьего поколения);
- ЛИДАР (дистанционный лазерный спектрофлюориметр);
- СКАН-2000 (проекционный сканер для компьютерной картографии с уникальным по тем временам разрешением 5000 x 5000 элементов);
- КОЛИБРИ (спектрофотометр с габаритными размерами 100 x 200 мм²).

Развитие и становление предприятия произошло в трудные для Российской науки и производства времена. В условиях отсутствия интереса со стороны науки, развала основных производств, резкого снижения покупательной активности промышленных предприятий мы вынуждены были остановить разработки всех научных приборов, кроме одного, с нашей точки зрения, наиболее необходимого производству. Название этого прибора - анализатор многоканальный атомно-эмиссионных спектров (анализатор МАЭС) [1].

В качестве приемника оптического излучения для анализатора МАЭС нами была выбрана кремниевая многоэлементная линейка фотодиодов, имеющая ряд существенных преимуществ перед ФЭУ. Линейки фотодиодов обеспечивают соизмеримые с ФЭУ пределы обнаружения элементов, но, в отличие от ФЭУ, дают возможность регистрировать протяженные участки спектра с хорошим спектральным разрешением, измерять фон спектра одновременно с линией элемента, анализировать форму линии. Кроме того, фотодиодные линейки более надежны в работе и имеют значительно больший срок службы по сравнению с ФЭУ.

Высокие технологии

Решение задач атомно-эмиссионного спектрального (АЭС) анализа потребовало от нас использования высоких технологий. Имеющиеся на рынке Приборы с Зарядовой Связью (ПЗС) (CCD - Charge Coupled Device) не позволяли и не позволяют в настоящее время получать качественную информацию о спектре из-за узкого динамического диапазона (1:1000), наличия блюминга и неэффективности переноса заряда. Следствием этих эффектов являются искажения спектра в окрестности ярких линий, затрудняющие регистрацию слабых линий аналитов.

Линейки фотодиодов фирмы «Reticon» (линейки PDA - Photo Diode Array) наиболее адекватно описывали форму спектральных линий, но их пороговые характеристики, влияющие на пределы обнаружения элементов, нас не удовлетворяли по чувствительности, а шаг структуры - 25 мкм не позволял корректно вычислять интенсивности линий. Кроме того, их стоимость - \$10 000 за одну линейку в корпусе не позволяла надеяться на применение их в сборках по 12-16 линеек для решения задач атомно-эмиссионного спектрального анализа.

Нами была разработана топология и технология производства кристаллов фотодиодных линеек, обладающих:

- встроенными усилителями выходных сигналов фотоячеек;
- высотой элемента - 1 мм;
- шагом структуры - 12 мкм;
- уменьшенными нечувствительными зонами на краях;
- высокой чувствительностью в ВУФ и УФ диапазонах;
- малыми темновыми токами фотодиодов.

В специально созданном цехе «чистая комната» мы освоили технологию гибридной сборки кристаллов посредством полиамидных шлейфов, что позволило размещать кристаллы на заданной криволинейной поверхности с минимальными технологическими зазорами или вообще без зазоров [2].

Немного истории

Мы предложили предприятиям производить замену устаревших систем регистрации (фотопластинки и ФЭУ) имеющегося у них спектрального оборудования на анализаторы МАЭС. Для этого анализатор был адаптирован к известным типам спектрографов и квантометров, применяемых на промышленных предприятиях.

Особую благодарность мы испытываем к руководству Новосибирского завода химических концентратов (НЗХК). Они первыми решились применить анализатор МАЭС для контроля продукции в столь серьезном производстве. Сотрудничество с НЗХК помогло создать программное обеспечение «Атом» [3], корректно производящее расчет концентраций и необходимую статистическую обработку результатов в соответствии с рекомендациями методик спектроаналитических измерений и другими руководящими документами. В разработке программы «Атом» с самого начала активное участие приняли аналитики Института неорганической химии, что позволило нам создать инструмент для разработки аналитических методик. Основными потребителями анализаторов МАЭС стали предприятия атомной промышленности, аффинажные заводы, предприятия цветной металлургии и автомобилестроения (рис. 1). Некоторые предприятия произвели полную модернизацию всего парка спектрального оборудования. В качестве примера из опыта внедрения анализаторов МАЭС можно указать следующие основные преимущества модернизированного спектрографа ДФС-458 в комплексе с генератором «Шаровая молния-40» в ЦЗЛ ОАО «КРАСЦВЕТМЕТ» (г. Красноярск) [4], а именно: сокращение времени анализа в десятки раз и значительную экономию образцов сравнения платины.

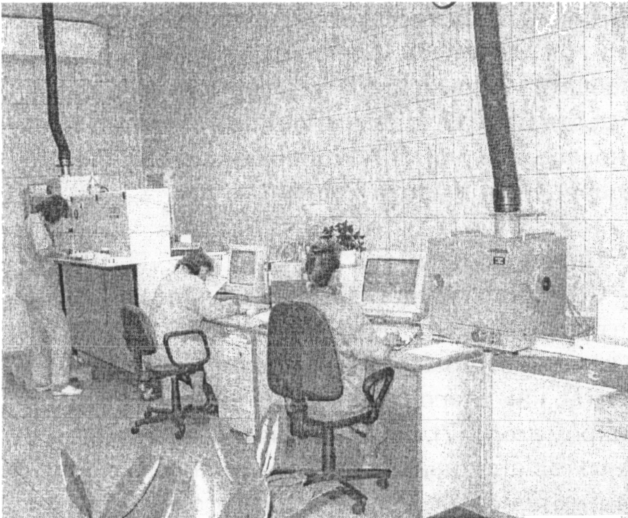


Рис.1. Модернизированные квантометры МФС-8 и «BAYRD» в лаборатории Новосибирского аффинажного завода

Явные преимущества модернизированных спектрометров определили темпы роста и расширение географии потребления анализаторов МАЭС от Украины и Балтийского моря до Тихого океана и от Узбекистана, Южной Кореи до Северного Ледовитого Океана. Можно сделать вывод, что выбранная нами модель сотрудничества с предприятиями оказалась успешной.

Создание нового оборудования

В процессе осуществления модернизации оборудования для АЭС анализа мы столкнулись тем, что качество результатов зависит не только от характеристик анализатора спектра, но и от стабильности работы источников возбуждения спектра. В основном на предприятиях используют генераторы типа УГЭ-4, требующие постоянного внимания инженерного персонала. Стабильность работы генератора обеспечивается контролируемым поджигом с использованием тиратрона, имеющего ограниченный ресурс. Другие типы генераторов формируют неконтролируемый поджиг, используя воздушные разрядники, что является основной причиной нестабильности в разряде. Форма тока разряда определяется ручной установкой параметров элементов разрядного контура и не может быть изменена в процессе исследования. В дуговом режиме применяются балластные реостаты, воздушное охлаждение которых создает значительный уровень шума в помещении. Кроме того, эти реостаты приводят к неэффективному расходованию электроэнергии, нагревая помещение.

Недостатки традиционных генераторов определили еще одно из направлений деятельности фирмы – создание мощных малогабаритных универсальных генераторов, построенных на со-

временных принципах стабилизации и формирования тока. Около 80 генераторов «Везувий» и «Шаровая молния», созданных нами, в настоящее время успешно применяют на 49 предприятиях в России и за рубежом. Накопленный опыт работы с генераторами создал условия для дальнейшего их совершенствования.

Создание мощных генераторов тока, не использующих балластные сопротивления, позволило вплотную заняться разработкой двухструйного дугового плазмотрона (ДДП) и атомно-эмиссионного спектрометра с его применением (ДДП-спектрометра). Аналитическая ценность ДДП по сравнению с дугой постоянного тока состоит в значительном снижении матричных эффектов, а в сравнении с индуктивно-связанной плазмой – в возможности анализа порошковых проб без их растворения. Методическая обоснованность применения ДДП-спектрометра определяется значительным объемом научных исследований и практических методик анализа [5, 6]

Реагируя на возрастающий интерес предприятий геологоразведки к методу просыпки, мы провели разработку электродуговой установки для поточного анализа порошковых проб «Селевый поток» (рис.2). При этом разработчики использовали опыт предшественников, а также замечания и пожелания Заказчиков.

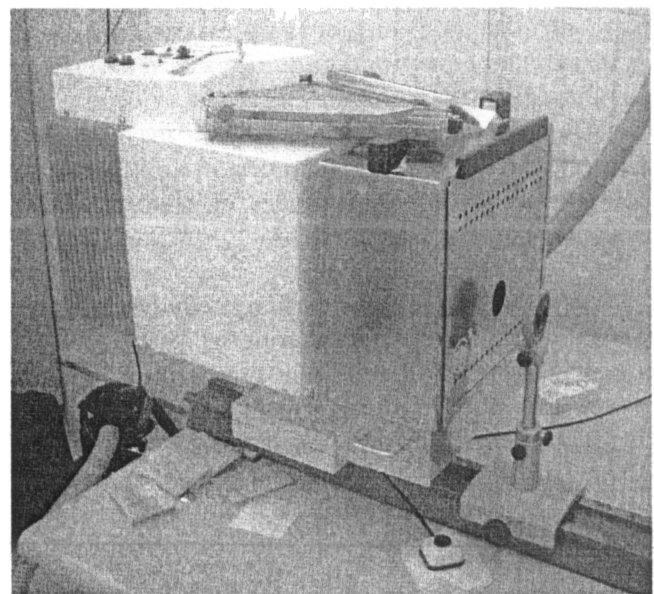


Рис.2. Установка для исследований методом просыпки «СЕЛЕВЫЙ ПОТОК»

Подъем производства в России привел к созданию новых предприятий и возрождению аналитических лабораторий на действующих предприятиях, не имевших ранее атомно-эмиссионных спектрометров. Возникла потребность в новых атомно-эмиссионных комплексах. Так как одним

из важнейших узлов комплекса является оптический полихроматор высокого разрешения, разработка такого прибора и на его базе комплекса АЭС анализа вышло на первое место в целях «ВМК-Оптоэлектроника» в 2005 году.

Различные способы ввода порошковых проб в плазму реализованы нами в следующих установках:

- «ПЛАЗМЕННЫЙ ШАР» - штатив для работы по методам испарения из графитового электрода и «глобульной дуги», предусматривает компьютеризованную установку электродов относительно оптической оси, а также поддержания межэлектродного промежутка в процессе испарения образца.

- «СЕЛЕВЫЙ ПОТОК» - электродуговая установка для прямого экспресс-анализа значительных объемов порошковых проб методом просыпки. Отличается тем, что переменный ток формируется импульсами переменной полярности трапециевидной формы. Время смены полярности составляет менее миллисекунды. Таким образом, в дуге переменного тока (50 Гц) обеспечивается заданное значение тока (до 40А) на протяжении практически всего времени экспозиции и тем самым создаются условия для более полного испарения пробы.

- «ЧИСТАЯ ПЛАЗМА» - двухструйный дуговой плазматрон (ДДП). Главной особенностью ДДП является высокая мощность аргоновой плазмы (до 15 кВт), обеспечивающая практически полное испарение порошковых проб в процессе анализа и существенно снижающая «матричный эффект». Это позволяет проводить анализ порошкообразных проб различного состава с минимальной пробоподготовкой.

Сервис и техническое обслуживание

В процессе модернизации спектрометров специалисты компании одновременно производят техническое обслуживание и юстировку оптических узлов спектрометров, добиваются качественной работы всего спектрального комплекса. Проводится обучение инженерно-технического персонала по работе с программой «Атом». Техническое обслуживание и ремонт оборудования сводится к замене узлов, а их ремонт осуществляют на производственных площадях «ВМК-Оптоэлектроника».

В настоящее время насчитывается около 300 единиц оборудования «ВМК-Оптоэлектроника», установленного в России и за рубежом. На многих предприятиях наши устройства функционируют в единственном экземпляре, и сбой в их ра-

боте может привести к остановке производства, это обязывает нас оперативно реагировать на любую их неисправность. Открытие представительств ВМК-Оптоэлектроника в Москве и в Ульяновске позволило нам оперативно действовать в европейской части России.

Патентная работа

Создание каждого вида продукции основано на новых идеях, патентуемых авторами в России. В качестве примеров можно привести такие патенты, как способ освещения входной щели полихроматора [7], атомно-эмиссионный спектрометр [8], анализатор спектра [9]. Всего в нашей фирме используется 18 запатентованных изобретений.

Качество продукции. Сертификация

Серьезность решаемых задач на аффинажных заводах, предприятиях Минатома и в других ведомствах потребовала от нас особого внимания к сертификации выпускаемого оборудования и лицензированию нашей деятельности.

В 2001 году анализатор МАЭС зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 21013-01 и допущен к применению на территории Российской Федерации, в 2002 г. зарегистрирован в Реестре государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан (Сертификат № 495 от 19 ноября 2002 года). Поверку анализатора МАЭС осуществляют в соответствии с методикой поверки (Приложение к Руководству по эксплуатации ВМКО.157 РЭ), утвержденной Всероссийским научно-исследовательским институтом оптико-физических измерений, г. Москва. Метрологическая служба нашего предприятия аккредитована на право поверки анализаторов МАЭС и информационно-измерительных комплексов с анализаторами МАЭС для собственных нужд и сторонних организаций (Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 275 от 19 ноября 2004 года).

Анализаторы МАЭС выпускаются серийно на основании лицензии Госстандарта на изготовление и ремонт средств измерения № 000522-ИР от 18.07.2003 г. Для обеспечения качества при серийном производстве продукции ООО «ВМК-Оптоэлектроника» имеет сертифицированную систему качества (Сертификат № РОСС RU.ИС12.К00024 от 21.03.2003 г.), удовлетворяющую требованиям ГОСТ ИСО 9001-2001 (ISO 9001:2000).

Активно применяя анализаторы МАЭС в своей работе, несколько заводских лабораторий ус-

пешно получили сертификат Лондонской биржи металлов (Новосибирский аффинажный завод, Екатеринбургский завод по обработке цветных металлов - в 2000 году, Уралэлектромедь в г.В.Пышма - в 2003 г.).

В развитии «ВМК-Оптоэлектроника» особую роль играет непосредственное участие сотрудников предприятий-потребителей нашей продукции, оказывающих неоценимую помощь своими замечаниями и предложениями. Начиная с 2000 г., мы ежегодно проводим международные симпозиумы «Применение анализаторов МАЭС в про-

мышленности», на которые приглашаем как пользователей анализаторов МАЭС, так и известных специалистов в области аналитической химии, спектрального анализа и метрологии. По результатам выступлений издаются материалы симпозиумов [10, 11]. В докладах и дискуссиях специалисты обмениваются опытом, обсуждают новые методики спектрального анализа с применением анализаторов МАЭС и другого оборудования производства «ВМК-Оптоэлектроника», что придает значительный импульс расширению ассортимента и области применения приборов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лабусов В.А. Анализаторы МАЭС и их использование в качестве систем регистрации и обработки атомно-эмиссионных спектров / В.А.Лабусов, В.И.Попов, А.Н.Путьмаков и др. // Аналитика и контроль. 2005. Т.9, № 2. С.110-115.
2. Лабусов В.А. Многоэлементные твердотельные детекторы излучения большого размера для атомно-эмиссионного спектрального анализа / В.А.Лабусов, В.И.Попов, А.В.Бехтерев и др.// Аналитика и контроль. 2005. Т.9, № 2. С.104-109.
3. Гаранин В.Г. «Атом» – программное обеспечение анализатора МАЭС / В.Г.Гаранин, О.А.Неклюдов, Д.В.Петроченко, А.В.Смирнов // Аналитика и контроль. 2005. Т.9, № 2. С.116-124.
4. Сорокатый Э.В. Аналитический контроль производства готовой продукции платины, палладия и золота с применением анализатора МАЭС / Э.В.Сорокатый, Т.П.Земляноко, Т.Г.Ильюша, К.В.Подорожняк. Аналитика и контроль. 2005. Т.9, № 2. С.187-191.
5. Смирнова Е.В. Атомно-эмиссионный анализ в геохимии / Е.В.Смирнова, А.И.Кузнецова, Н.Л.Чумакова. Новосибирск: Наука. 1993. 227 с.
6. Заксас Н.П. Атомно-эмиссионное определение микроэлементов в порошковых пробах разной при-

роды с возбуждением спектров в двухструйном дуговом плазмотроне / Н.П.Заксас, И.Р.Шелпакова, В.Г.Герасимов // Журн. аналит. химии. 2004. Т.59, №3. С. 254-260.

7. Пат. 2168708 РФ/ А.В.Бехтерев, В.А.Лабусов, В.И.Попов, А.Н.Путьмаков. Способ освещения входной щели спектрального прибора. Заявлено 21.02.2000. Опубликовано 10.06.2001. Бюл. №16. Приоритет 21.02.2000

8. Пат. 30433 РФ/ А.В.Бехтерев, В.А.Лабусов, В.И.Попов, А.Н.Путьмаков. Атомно-эмиссионный многоканальный спектрометр. Заявлено 17.07.2002. Опубликовано 27.06.2003. Бюл. №18. Приоритет 17.07.2002.

9. Пат. 46988 РФ/ А.В.Бехтерев, В.А.Лабусов, В.И.Попов, А.Н.Путьмаков. Анализатор спектра. Заявлено 23.04.1998. Опубликовано 16.03.2000. Приоритет 23.04.1998.

10. Материалы IV международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности». Новосибирск, Академгородок. 2003. 62 с.

11. Материалы V международного симпозиума «Применение анализаторов МАЭС в промышленности». Новосибирск, Академгородок. 2004. 95 с.

* * * * *

ATOMIC-EMISSION SPECTROMETRY EQUIPMENT AS THE MAIN ACTIVITIES DIRECTION OF VMK-OPTOELEKTRONIKA.

V.I.Popov

VMK-Optoelektronika evolution retrospective review is presented and spectroanalytical equipment development stages are shown from multichannel detectors to functionally complete atomic-emission spectrometer.